有機溶媒系高速ＧＰＣ用充てんカラム

TSK-GEL　Hタイプ

取扱説明書

ご使用の前に

¡本製品を使用する前に，必ずこの取扱説明書をよく読んで理解してください．
¡この取扱説明書は，手近な所に大切に保管し，必要なときにいつでも取り出せるようにしてください．
¡製品本来の使用方法および取扱説明書で指定した使用方法を守ってください．
¡本書の安全に関する指示に対しては，指示内容を理解の上，必ず従ってください．
以上の指示を必ず厳守してください．
指示に従わないと，けがや事故の恐れがあります．

【取扱説明書について】

¡取扱説明書の内容は，製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります．
¡取扱説明書の全部または一部を無断で転載，複製することは禁止しています．
¡取扱説明書を紛失したときは，弊社営業担当者までお問い合わせください．
¡取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが，万一不審な点や誤り，記載漏れに気づいたときは，お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください．

安全上のご注意

- ご使用の前に，この「安全上のご注意」をよくお読みのうえ，正しくお使いください．
- この項目は，いずれも安全に関する内容ですので，必ず守ってください．
- 「警告」「注意」の意味は次のようになっています．

⚠ 警告	取扱いを誤った場合，使用者が死亡または重傷を負う可能性が想定されるもの．
⚠ 注意	取扱いを誤った場合，使用者が傷害を負う可能性が想定されるものまたは物的損害の発生が想定されるもの．

ご使用時

● 火気厳禁

- 引火性のある溶媒を使用する場合，火気の使用は厳禁です．火災，爆発の原因になります．

⚠ 注意

● 換気に注意を

- 引火性，毒性のある溶媒を使用する場合，十分換気をしないと火災，爆発，中毒の原因になります．

● 液漏れに注意を

- 溶媒等の液漏れは，感電，中毒，薬傷，火災，腐食などの原因になります．液漏れの場合は，適切な保護具を付けた上で，液を取り除いてください．

⚠ 注意

●保護具の着用を

● 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は，保護メガネ，手袋などの保護具をご使用ください．薬傷を負う恐れがあります．

●取扱いに注意を

● 取扱いが不適切であると，カラムの性能を損なうことがあります．取扱いには十分注意してください．

●適切な使用方法を

● 本カラムは分離，精製等に用いるもので，それ以外の目的には使用しないでください．

●圧力に注意を

● 急激な圧力上昇は，カラムの性能を損なう原因になります．又，カラム材質により破裂，飛散等の可能性があります．規定以上の圧力にならぬように注意してください．適切な保護具を付けた上で，十分注意して作業をおこなってください．

●分離精製物の取扱いに注意を

● 得られた分離精製物または精製溶液を製品および中間体として使用する場合は，十分にその安全性の確認をおこなってご使用ください．

●処分には適切な処理を

● 廃棄する場合は，産業廃棄物として適切な処理をおこなってください．

【その他の注意】

● 製品本体に警告表示ラベルが貼付されている製品は，表示内容を確認し，安全にご利用ください．

● 警告表示ラベルが，汚損または剥離し表示内容がわからなくなった場合には，当社窓口担当者までお申し付けください．貼り替え用ラベルをお送りいたします．

● 本書は大切に保存してください．また，ご利用者が代わる場合には次のご利用者にお渡しください．

取扱い上のご注意（出荷溶媒に関する注意）

<table>
<tr><td rowspan="4">応急措置</td><td>眼に入った場合</td><td>¡ 流水で15分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう．
¡ 医師の手当てを受ける．</td></tr>
<tr><td>皮膚に付着した場合</td><td>¡ 水等で洗い流し医師の手当てを受ける．</td></tr>
<tr><td>吸入した場合</td><td>¡ 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこない，医師の手当てを受ける．</td></tr>
<tr><td>飲み込んだ場合</td><td>¡ 口腔を水洗し，医師の手当てを受ける．</td></tr>
<tr><td rowspan="7">取扱いおよび保管上の注意</td><td>火気等の注意</td><td>¡ 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用および接地等をおこなう．</td></tr>
<tr><td>換気</td><td>¡ 発散源を密閉する設備または局所排気設備で換気する．</td></tr>
<tr><td>身入り容器の取扱い</td><td>¡ 容器は破損につながる粗暴な取扱いをしない．</td></tr>
<tr><td>身体の洗浄</td><td>¡ 取扱い後は顔，手，口等を水洗する．</td></tr>
<tr><td>取扱い時の保護具</td><td>¡ 取扱いの際は耐油性ゴム手袋，保護メガネおよび有機ガス用保護マスク，保護衣，長靴を着用する．</td></tr>
<tr><td>危険有害物等の保管</td><td>¡ 火気，加熱等に注意して保管する．
¡漏れ，こぼれ等に注意して保管する．</td></tr>
<tr><td>空容器の保管</td><td>¡ 空容器は残存物の発散を防ぎ屋外の一定の場所に置く．</td></tr>
<tr><td rowspan="4">廃棄上の注意</td><td>処分方法</td><td>¡ 廃棄する場合は焼却設備等で少量ずつ焼却処分をおこなう．</td></tr>
<tr><td>一般的な留意事項等</td><td>¡ 処分作業は可燃物，有害物の取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう．</td></tr>
<tr><td>空容器の処分</td><td>¡ 空容器を処分する場合は，水，蒸気等で十分に洗浄して残留物がないことを確かめた後におこなう．</td></tr>
<tr><td>処分上の注意</td><td>¡ 焼却処分する場合はハロゲン化合物ガスを発生するので排ガス対策をおこなう．（出荷溶媒：クロロホルム，o−ジクロロベンゼン）</td></tr>
</table>

□出荷溶媒：クロロホルム
　・該当カラム：セミ分取カラム（内径：21.5mm）および分取用ガードカラム
□出荷溶媒：o−ジクロロベンゼン
　・該当カラム：高温GPCカラム（HTシリーズ）および高温GPC用ガードカラム
□出荷溶媒：テトラヒドロフラン
　・該当カラム：セミ分取用，高温GPC用以外のカラム
※出荷溶媒は，検査票に記載してあります．

取扱い上のご注意（充てん剤に関する注意）

応急措置	眼に入った場合	¡ 流水で15分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう． ¡ 医師の手当てを受ける．
	皮膚に付着した場合	¡水等で洗い流す．
	吸入した場合	¡ 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこなう．
	飲み込んだ場合	¡ 口腔を水洗し，医師の手当てを受ける．
取扱いおよび保管上の注意	火気等の注意	¡ 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用および接地等をおこなう．
	換気	¡ 換気設備などで換気する．
	取扱い時の保護具	¡ 取扱いの際は保護メガネおよび防じんマスクを着用する．
廃棄上の注意	処分方法	¡ 廃棄する場合は焼却設備等で少量ずつ焼却処分をおこなう．
	一般的な留意事項等	¡ 処分作業は可燃物の取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう．
	処分上の注意	¡ 焼却処分する場合，硫黄酸化物ガスおよび窒素酸化物ガスを発生するので排ガス対策をおこなう．

□充てん剤；可燃性充てん剤（スチレン－ジビニルベンゼン共重合物）

目　次

2004年 4 月改訂

1．はじめに

この度は，東ソーTSK-GELをお買上げありがとうございました.

TSK-GEL Hタイプは,「東ソー」が開発したポリスチレンを基材とする有機溶媒系高速GPC用充てんカラムです．高分子の分子量分布測定，一般有機化合物の分離に適しています．分取タイプは，Hタイプを大型化した分取用カラムで分析の前処理，精製，抽出手段として広く利用できます.

この高性能カラムの性能を十分に発揮させて効果的にご使用いただくために，ご使用の前にこの取扱説明書をよくお読みのうえ，正しくご使用くださいますようお願いいたします.

2．ご使用の前に

まず，梱包状態およびカラムの外観に異常はないか確かめてください.

図1　梱 包 外 観 図

つぎに，カラムと別に次の品物が入っていますので，ご確認ください.

¡ 取扱説明書……………………………………………… 1 通
¡ 検査票（INSPECTION DATA）…………………… 1 通

3．カラム各部の名称
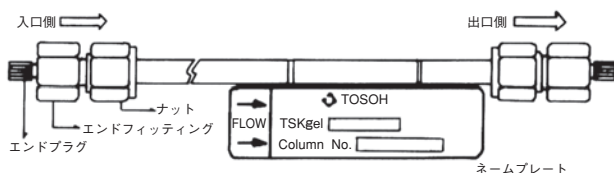
図２　H,H_{XL}およびH_{HR}カラムの見取り図
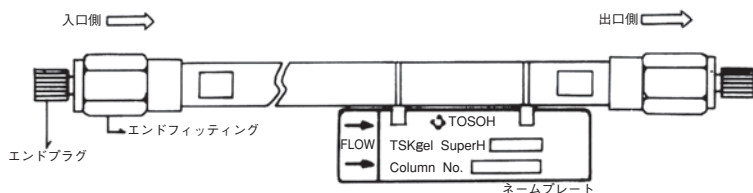
図 3　SuperHおよびSuperHZカラムの見取り図

4．装置へのセットと注意

4-1　カラム部品の接続方式

SuperHおよびSuperHZシリーズのカラムは，ネジ込み方式，その他のカラムは，スウェジロック方式で，インチ規格です．

4-2　カラムの通液方向

図 2 および図 3 に示した矢印の方向，すなわちネームプレートのFLOWの矢印のとおりに使用してください．逆方向に長時間液を流すと，カラムの性能が低下します．

4-3　気泡の混入防止

カラムを装置にセットする際，また取りはずす際に，カラム内に空気を入れないよう十分注意を払い，必ず装置の全配管系の気泡を除いた後，カラムを装置にセットしてください．カラム内に気泡を入れますとチャネリング等により性能が低下します．

4-4　カラムの装置への取り付け順序

サンプルカラムとリファレンスカラムの両カラム系を装置にセットする場合，必ずリファレンスカラム系を先に取り付けてください．

4-5　カラムの接続

4-5-1　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てくる場合

カラムは装置の全配管系の気泡を除いたことを確認して接続します．カラムの入口側のエンドプラグをはずしたとき，エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てきた場合，先に述べたように気泡をカラムに入れないよう注意しながら装置に接続してください．

4-5-2　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合

カラム入口側のエンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合には，カラム出口側エンドフィッティングと装置を接続し送液ポンプにより溶媒を送り，逆流しによって入口側エンドフィッティング付近の気泡を溶媒で押し出してください(この際，急激な加圧，あるいは送液は，カラムの性能が低下しますので，溶媒は使用流速以下の流速で，ゆっくり送り込んでください).

4-5-3　気泡が出ないことを確認したら

カラム入口側エンドフィッティングより気泡が出ないこと，および溶媒がにじみ出ることを確認した後，カラムを正常な通液方向にして，入口側エンドフィッティングと装置を接続してください.

4-6　装置へのカラムの接続および装置の選定

4-6-1　カラムコネクターのフェラルの位置

カラムとカラムの接続あるいはカラムと装置の接続には1/16インチ（外径）のリードパイプを用いますが，デッドボリュームを小さくするためにパイプの長さは，短くしてください．また，フェラルの固定場所は図4に示しますようにSuperHおよびSuperHZシリーズと他のシリーズは異なっており，パイプ先端部からそれぞれ2 mm，4 mmとしてください.
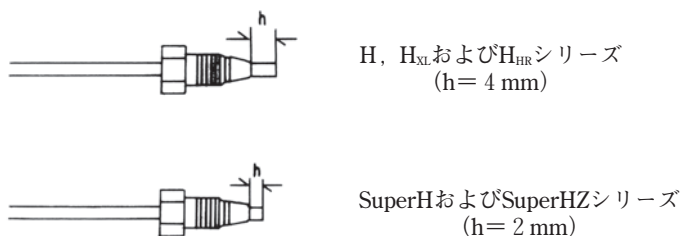
図4　カラムコネクターのフェラルの位置

4-6-2　接続パイプの先端部の加工

リードパイプの先端部端面は，図5のように加工精度を高くする必要があります．先端部が変形していたりつぶれている場合，バンドの広がりの一因となりますので注意が必要です．接続には，端面処理された当社カラムパイプをご使用いただければ，端面処理の心配はありません.

図５　接続パイプ切断面の加工精度

4-6-3　接続配管長さ

SuperHおよびSuperHZシリーズカラムでの測定においては，特にカラム外の広がりを抑える必要があります．試料注入器からカラム入口およびカラム出口から検出器の配管サイズは，内径6mmカラムで内径0.2mm，長さ60cm以下，内径4.6mmカラムは内径0.2mm，長さ20cm以下を使用してください．また，カラム間の接続配管は，内径0.2mm，長さ10cm以下にしてください．

4-6-4　使用検出器

SuperHシリーズは，高性能化されたカラムですので，低デッドボリューム型の検出器をご使用ください．フローセルの容量は，2μl程度の低デッドボリューム型が望ましく，通常品（8～10μL）では充分なカラム効率を得ることが困難となります．また，検出器の応答速度（RESPONSE）はFAST（時定数：0.05s）に設定してください．応答速度が遅いとカラム効率が低下します．例えば，STD（時定数：1.0s）ですと70～80%のカラム効率に低下します．

4-7　一般的なカラムの接続順序

オーバーロードしやすい高分子側を先に分離し，カラム内濃度を減少させる目的でポアサイズの大きい順におこないます．最後のカラムの出口は，装置の検出器の入口に接続してください．

4-8　測定開始の注意点

カラムのセット終了後，測定を開始しますが，急激な加圧，送液はカラムの性能が低下しますので避けてください．とくに急激な圧力の立上がりを示す送液ポンプを使用される場合，注意してください．

4-9　脈流対策

このカラムは，脈流に対して非常に影響を受けやすいので，十分に注意してください．送液ポンプは，脈動のないものを選んでください．もし脈動のあるポンプをご使用の場合は，パルスダンパ（アキュムレータ）をポンプ吐出側に接続して，脈流を消去してください．

4-10　測定終了後

4-10-1　測定温度が室温より高い場合

測定終了後，すぐにポンプを止めないで，カラムの温度が室温に下がるまで送液を続けてください．温度が高い状態でポンプを止めますと，溶媒の収縮によりカラム内に気泡を引き込むことがあります．

4-10-2　測定が終了し，翌日も同一カラム系で測定される場合

全配管系の漏れがなければ，装置内にセットしたままで，翌日使用されてもかまいません．ただし，次の使用が3日以上後になる場合には，4-10-3項に示す操作をおこない，カラムを保存してください．

4-10-3　次の使用が3日以上後になる場合

Hタイプは，ポリマ系充てん剤ですので，固定相の乾燥は好ましくありません．

したがって，気泡が入らないように，注意をして，カラムを装置よりはずし，両端をカラム納入時と同じように，エンドプラグを使って封をして，保存してください．

5．カラムの保存方法

5-1　保存方法

4-10項の作業をおこなった上で保存してください．

5-2　保存時の温度

温度差の小さい場所（恒温室）に保存してください．

5-3　直射日光

避けてください．

5-4　腐食性ガス

発生しない安全な場所に保存してください．

６．溶媒の選択

6-1　使用溶媒

Hタイプカラム（H_{XL}，H_{HR}，SuperHおよびSuperHZシリーズ）の出荷時の溶媒は，分析カラム，リファレンスカラムおよび分析用ガードカラムがテトラヒドロフラン（THF），セミ分取カラム（内径21.5mmカラム）および分取用ガードカラムがクロロホルム（$CHCl_3$）です．また，高温GPC測定用のTSK-GEL GMH-HTおよびHTシリーズはo-ジクロロベンゼン（ODCB）で出荷されています．

SuperHシリーズおよびH_{HR}シリーズ以外のHタイプカラムでの測定は，できるだけ出荷時の溶媒でおこなってください．

もし，試料の溶媒への溶解性および安定性などの理由により他の溶媒を使用される場合は，試料と充てん剤の相互作用，溶媒と装置の安定性などを十分に考慮し，選択してください．

一般的には，溶媒の交換はカラムの性能低下の原因になり，寿命を短くしますので，同一溶媒を使用されることをおすすめします．

H_{XL}シリーズは，特殊溶媒カラムとして$CHCl_3$，ジメチルホルムアミド（DMF），アセトンおよびヘキサフルオロイソプロパノール（HFIP）を用意しております．また，セミ分取カラムには，THFを用意しております．

アセトンカラムからは，各種溶媒への溶媒交換が可能となっています．詳細については，6-2項をご参照してください．

6-2　溶媒交換

6-2-1　H_{XL}およびSuperHZシリーズの溶媒交換

H_{XL}およびSuperHZシリーズカラムでは，THFから表１の有機溶媒に交換できる可能性があります．

ただし，H_{XL}およびSuperHZシリーズの充てん剤は，溶媒による膨潤・収縮性が異なりますので，膨潤度の大きいものから，小さいものへの溶媒交換は不可能です．

表１　H_{XL}およびSuperHZシリーズ（THFカラム）の溶媒交換可能な有機溶媒

交換可能な有機溶媒
ベンゼン
トルエン
キシレン
$CHCl_3$
ジクロロメタン，ジクロロエタン（G1000Hを除く）

溶媒交換をおこなう場合は，カラムの性能が低下しやすいので下記の点に十分注意しておこなってください.

¡ 流速は，内径4.6mmカラムで0.15mL/min，内径6.0mmカラムで0.3mL/min，内径7.5および7.8mmカラムは0.5mL/min，また，セミ分取カラムでは，3mL/min以下でおこなってください.

¡ ただし，カラム圧損が表５に示す最大圧損以上になる場合は，流速をさらに下げるか温度を高める等の操作をおこなって最大圧損以下での溶媒交換をおこなってください.

¡ 新しい溶媒に100%交換された後も，20〜30分間は通液をおこなってください.

¡ カラム内への気泡の混入は，絶対に避けてください.

表１以外の有機溶媒へのTHFからの交換は，不可能です．また，セミ分取カラム（$CHCl_3$）は，他の有機溶媒への交換は不可能です．表１以外の有機溶媒，例えば，DMF，HFIP，$CHC1_3$，ODCB，アセトンでのご使用を希望される場合は，ご注文の際，とくにその旨，ご指示ください.

これらの溶媒からの交換可能な有機溶媒を表２に示します．溶媒交換をおこなう際の注意点は，前述のとおりです.

なお，これら交換可能な有機溶媒から，さらに新しい有機溶媒への交換はできませんのでご注意ください.

表２　H_{XL}シリーズ（特殊溶媒カラム）の溶媒交換可能な有機溶媒

充てんカラムの溶媒	交換可能な有機溶媒
アセトン	DMF ジメチルスルホキシド（DMSO） ジオキサン n-ヘキサン シクロヘキサン ドデカン N-メチルピロリドン（NMP） キノリン メチルエチルケトン（MEK） ODCB HFIP/$CHCl_3$ ピリジン 四塩化炭素 酢酸エチル FC-113
$CHCl_3$	m-クレゾール/$CHCl_3$ HFIP/$CHCl_3$（HFIP10%まで）
DMF	THF トルエン DMSO ジオキサン
ODCB	トリクロロベンゼン l-クロロナフタレン

6-2-2　H_{HR}シリーズの溶媒交換

H_{HR}シリーズは，耐溶媒交換安定性グレードですので，あらゆる溶媒に交換が可能です．また，溶媒互換性もあり，各種の新しい溶媒にも交換が可能です．

ただし，特に極性の高い溶媒（例えば，水，H_2O／MeOH）には交換が困難です．ご注意ください．

表3に交換可能な有機溶媒を示しました．また，表4には，THFからこれらの有機溶媒に交換するときの流速を示しましたので，ご参考にしてください・

なお，混和しない溶媒（例えば，キレシンからDMF）への交換は，中間溶媒としてアセトンを介しておこなってください．

溶媒交換をおこなう際の注意点は，前述（6-2-1項）のとおりです．

6-2-3　SuperHシリーズの溶媒交換

SuperHシリーズは，H_{HR}シリーズと同様に耐溶媒交換安定性グレードですので，あらゆる溶媒に交換が可能です．

したがって溶媒交換をおこなう際の注意点は，H_{HR}シリーズ（6-2-2項）を参照してください．

表3　SuperHシリーズおよびH_{HR}シリーズの交換可能な有機溶媒

使用（交換）可能な有機溶媒
トルエン，ベンゼン，キシレン，$CHCl_3$，ジクロロメタン，ジクロロエタン，DMF，DMSO，ジオキサン，n-ヘキサン，シクロヘキサン，ドデカン，NMP，キノリン，m-クレゾール/$CHCl_3$，MEK，ODCB，トリクロロベンゼン（TCB），HFIP，HFIP／$CHCl_3$，ピリジン，o-クロロフェノール/$CHCl_3$，四塩化炭素，酢酸エチル，メタノール/$CHCl_3$，アセトン，エタノール，ジメチルアセトアミド，1-クロロナフタレン，FC-113，トリクロロエタン

表4　SuperHシリーズおよびH_{HR}シリーズのTHFから各種有機溶媒への交換流速

有　機　溶　媒	推奨溶媒交換流速（mL／min）			粘度（CP）〈温度℃〉
	SuperHシリーズ	H_{HR}シリーズ		
		分析カラム	セミ分取カラム	
トルエン	0.3	0.5	3.0	0.59(20)
ジクロロメタン	0.35	0.6	3.5	0.43(20)
$CHC1_3$	0.3	0.5	―	0.56(20)
DMF	0.2	0.4	2.5	0.80(25)
DMSO	0.1	0.2	1.0	2.00(25)
ジオキサン	0.1	0.2	1.0	1.20(25)
n-ヘキサン	0.5	0.9	5.0	0.31(25)
NMP	0.1	0.2	1.0	1.65　―
キノリン	0.05	0.1	0.5	3.00(30)
MEK	0.4	0.7	4.0	0.39(22)
ODCB	0.1	0.2	1.0	1.32(25)
HFIP	0.05	0.1	0.5	5.70(20)
ピリジン	0.15	0.3	2.0	0.95(20)
四塩化炭素	0.15	0.3	2.0	0.97(20)
酢酸エチル	0.35	0.6	3.5	0.45(20)
エタノール	0.1	0.2	1.0	1.06(25)
l-クロロナフタレン	0.05	0.1	0.5	2.94(20)
THF	―	―	3.0	0.55(20)

備考：室温（25℃）で溶媒交換をおこなうときの推奨できる流速を示しました.

7．使用流速

7-1　流速設定について

使用流速は，分離能，測定時間，カラム耐久性などを考慮して選択されます．流速が高いほど測定時間は短くなりますが，分離能は逆に流速が低いほど向上し，この傾向は分子が大きくなるほど顕著になります．また，カラムの耐久性の面からは，流速が低い方が好ましく，トップオフ現象（カラム入口側にすき間の空く現象）を起こしにくい利点があります.

7-2　適正流速

表5にもとづいた適正流速でご使用ください．測定を急ぐ場合でも最大流速の範囲内でご使用ください.

表5に示す最大流速以上および最大圧力損失以上でのご使用は，絶対に避けてく

ださい．

加温することによって，使用溶媒の粘度が低くなり，分離能を損なわず流速を高めに設定することが可能となります．

7-3　溶媒の粘度

使用溶媒の粘度が低ければ，流速を高めにすることができます．逆に，溶媒の粘度が高ければ，流速を低めに設定してください．

表5　使　用　流　速（1）

<table>
<tr><th>品　　名</th><th>カラムサイズ
内径（mm）×長さ（cm）</th><th>適正流速
（mL/min）</th><th>最大流速
（mL/min）</th><th>最大圧力損失
（カラム1本あたり）
（MPa）</th></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ1000</td><td rowspan="8">4.6×15</td><td rowspan="8">0.15～0.35</td><td rowspan="8">0.4</td><td>5.5</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ2000</td><td>5.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ2500</td><td>4.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ3000</td><td>3.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ4000</td><td rowspan="2">3.5</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZM-N</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZM-M</td><td>2.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZM-H</td><td>1.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ1000</td><td rowspan="8">6.0×15</td><td rowspan="8">0.25～0.60</td><td rowspan="8">0.7</td><td>5.5</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ2000</td><td>5.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ2500</td><td>4.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ3000</td><td>3.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZ4000</td><td rowspan="2">3.5</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZM-N</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZM-M</td><td>2.0</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperHZM-H</td><td>1.0</td></tr>
</table>

表5　使　用　流　速（2）

品　　　名	カラムサイズ 内径（mm）×長さ（cm）	適正流速 （mL/min）	最大流速 （mL/min）	最大圧力損失 （カラム1本あたり） （MPa）
TSKgel SuperH1000	6.0×15	0.3～0.6	0.8	7.0
TSKgel SuperH2000				6.0
TSKgel SuperH2500				
TSKgel SuperH3000				4.0
TSKgel SuperH4000				
TSKgel SuperH5000				
TSKgel SuperH6000				3.0
TSKgel SuperH7000				
TSKgel SuperHM-L				4.0
TSKgel SuperHM-N				
TSKgel SuperHM-M				
TSKgel SuperHM-H				

表5　使　用　流　速（3）

品　　　名	カラムサイズ 内径（mm）×長さ（cm）	適正流速 （mL/min）	最大流速 （mL/min）	最大圧力損失 （カラム1本あたり） （MPa）
TSKgel G1000H_{XL}	7.8×30	0.5～1.0	1.0	5.0
TSKgel G2000H_{XL}			1.2	
TSKgel G2500H_{XL}				
TSKgel G3000H_{XL}				3.5
TSKgel G4000H_{XL}				
TSKgel G5000H_{XL}				1.5
TSKgel G6000H_{XL}				
TSKgel G7000H_{XL}				
TSKgel GMH_{XL}-L				5.0
TSKgel GMH_{XL}				1.5
TSKgel GMH_{XL}-HT				

表5　使　用　流　速（4）

品　　名	カラムサイズ 内径（mm）×長さ（cm）	適正流速 （mL/min）	最大流速 （mL/min）	最大圧力損失 （カラム1本あたり） （MPa）
TSKgel G1000H_{HR} TSKgel G2000H_{HR} TSKgel G2500H_{HR} TSKgel G3000H_{HR} TSKgel G4000H_{HR} TSKgel G5000H_{HR} TSKgel G6000H_{HR} TSKgel G7000H_{HR} TSKgel GMH_{HR}-L TSKgel GMH_{HR}-N TSKgel GMH_{HR}-M TSKgel GMH_{HR}-H	7.8×30	0.5～1.0	2.0	5.0
TSKgel GMH_{HR}-M（S） TSKgel GMH_{HR}-H（S）			2.5	2.0
TSKgel GMH_{HR}-H（30） TSKgel GMH_{HR}-H（20）	7.8×30	0.5～1.0	3.0	1.5
TSKgel GMH_{HR}-H（30）HT TSKgel GMH_{HR}-H（20）HT	7.8×30	0.5～1.0	3.0	1.5
TSKgel GMH_{HR}-H（S）HT			2.5	2.0
TSKgel GMH_{HR}-H HT			2.0	3.5
TSKgel G2000H_{HR}（20）HT			3.0	1.5
TSKgel MultiporeH_{XL}-M	7.8×30	0.5～1.0	1.2	3.5
TSKgel G1000H_{HR} TSKgel G2000H_{HR} TSKgel G2500H_{HR} TSKgel G3000H_{HR} TSKgel G4000H_{HR} TSKgel GMH_{HR}-H	21.5×30	6.0～8.0	14.0	5.0

備考：H，H_{XL}，H_{HR}，SuperHおよびSuperHZシリーズ；室温（25℃），THF溶媒での使用流速（HTはODCB溶媒），セミ分取タイプ；室温（25℃），クロロホルム溶媒での使用流速

7-4　最大試料負荷量

試料濃度は、一般に分子量分布が広い試料では0.2%以下，分子量100万以上の試料は0.02%以下に調製してください．また試料溶液は，表6に示す注入量で測定してください．

表６　カラムサイズと試料注入量

カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	試料注入量
4.6×15	10 μL(好ましくは5 μL以下)
6.0×15	20 μL(好ましくは10 μL以下)
7.8×30	100 μL(好ましくは50 μL以下)

８．使用温度

8-1　使用温度範囲

H_{XL}，H_{HR}，SuperHおよびSuperHZシリーズすべて室温（25℃）以上でご使用ください．

H_{XL}およびSuperHZシリーズでは，G1000H，G2000H，G2500H，G3000HおよびMultiporeH$_{XL}$-Mが60℃までで，G4000H，G5000H，G6000H，G7000HおよびGMHが80℃までです．

H_{XL}シリーズの高温GPC用カラム（GMH-HT），H_{HR}シリーズおよびSuperHシリーズは，140℃まで使用可能です．

8-2　加温状態で測定される場合

溶媒はよく脱気してご使用ください．加温状態での測定が終了したらカラム保護のため，4-10-1項の注意を必ず守ってください．

加温状態での測定では，主として次のような利点があります．

a　溶媒および試料の粘度が高いときに,加温により粘性を下げることができる．

s　室温使用のときより，理論段数が向上し分離能が高まる．

8-3　室温以下の低温で測定する場合

8-2項で述べた加温状態での利点と反対の欠点が生じます．また，溶媒および試料の粘度が高まるため，流速を室温の場合よりも低くすることが必要です．

９．試料溶液の調製

9-1　試料調製

溶離液を用い調製してください．ただし高分子試料の溶解は完全に分子分散させること，および撹拌による分子鎖の切断等に十分注意してください．

9-2　試料溶液中に不溶分，ゲル分がある場合

試料中には，肉眼では見ることはできなくとも，不溶分が存在する可能性があります．遠心分離やマイクロポアフィルタ（0.45 μm）によるろ過精製を必ずおこなってください．特に，合成ゴムなどの試料調製は，前処理を十分におこなってください．

当社では，試料の前処理に便利な試料前処理用カートリッジ“マイショリディスク”（非水系Hタイプ）を用意しておりますので，ご使用ください．

9-3　試料溶液の組成

試料の溶解は，かならず溶離液を用いてください．

水，メタノールなどの極性の高い試料の注入は，カラムの性能低下の原因になりますので，絶対にしないでください．

また，溶離液と混合することによって，不溶性物質を生成するような試料は，注入できませんので注意してください．

10. 理論段数，非対称係数および分離能の測定

カラムの理論段数，非対称係数および測定条件は，検査票（INSPECTION　DATA）記載のとおりです．

10-1　理論段数計算法
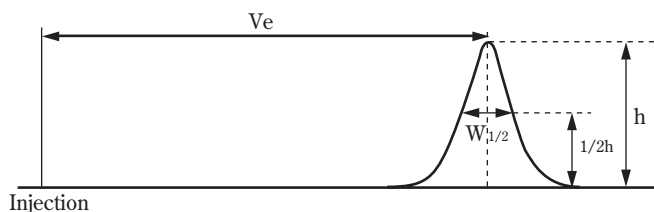
図 6　TSK-GEL 理論段数計算法

カラムの理論段数は，半値幅法により計算をおこなっており，カラム当りの段数で表示してあります．

$N = 5.54 (Ve/W_{1/2})^2$

Ve：溶出時間　　　（min）

$W_{1/2}$：ピーク半値幅（min）

h：ピーク高さ

N：カラム当りの理論段数

10-2　非対称係数計算法
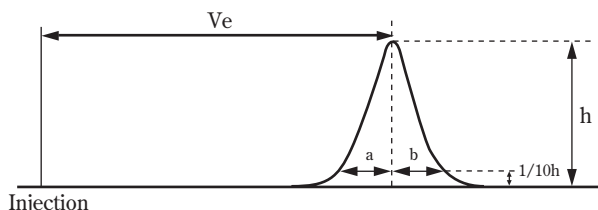
図７　TSK-GEL　非対称係数計算法

カラムの非対称係数は，1/10h法により計算をおこなっています．

As＝b/a

As：非対称係数

なお，カラム検定は，デッドボリュームを小さくした当社HLC装置で測定しております．

デッドボリュームの大きい装置を使用した場合，あるいは注入量を多くした場合は，規格値よりも低い理論段数を示すことがありますので，注意してください．

11.　ガードカラム

4〜9項において，トラブル発生を防止するための基本的な注意について示しましたが，試料中に充てん剤に吸着する物質が存在する場合，それがカラムの入口側に吸着され，しだいに蓄積し，カラムの段数低下，性能変化の原因となります．このようなとき，分析カラムの入口側にあらかじめガードカラムをセットしておいた場合，ガードカラムを交換することで吸着物質により劣化した性能を元の状態に戻すことが可能となります．より確実にトラブル発生を防ぐためにガードカラムを是非，ご利用ください．

ただし，ガードカラムは，分析用カラムではありませんので，ガードカラムのセットにより分離能が向上することは期待できません．あくまでもトラブル防止対策としてご利用ください．

11-1　ガードカラムの設置効果

a　脈流，異常流速，圧力の増減による本体カラムのトップオフ防止

s　吸着性物質のカットによる本体カラムの汚染防止

d　不溶性物質のカットによる本体カラムの保護

11-2　ガードカラムの種類と選択

表７にガードカラムの種類と仕様を示します．Hタイプのガードカラムとしては，使用カラムの種類により16種類が，また，セミ分取タイプのガードカラムとしては，TSKguardcolumn H，H_{HR}-LおよびH_{HR}-Hの3種類があります．

表７　ガードカラムの種類と使用目的

品　　名	対象グレード	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	目　　的
TSKguardcolumn H_{XL}-L	TSKgel G1000H_{XL}～G4000H_{XL}	6.0×4.0	分析カラム保護 低分子分離GPC用
TSKguardcolumn H_{XL}-H	TSKgel G5000H_{XL}～G7000H_{XL}および GMH_{XL}	6.0×4.0	分析カラム保護 高分子分離GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}-L(S)	分取タイプ TSKgel G1000H_{HR}～G4000H_{HR}	7.5×7.5	分析カラム保護 低分子分離GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}-H(S)	分取タイプ TSKgel GMH_{HR}-H	7.5×7.5	分析カラム保護 高分子分離GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}-L	TSKgel G1000H_{HR}～G4000H_{HR}	6.0×4.0	分析カラム保護 低分子分離GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}-H	TSKgel G5000H_{HR}～G7000H_{HR}および GMH_{HR}-L，N，M＆H	6.0×4.0	分析カラム保護 高分子分離GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}(S)	TSKgel GMH_{HR}-M(S)＆H(S)	7.5×7.5	分析カラム保護 超高分子分離GPC用
TSKguardcolumn SuperH-L	TSKgel SuperH1000～SuperH4000	4.6×3.5	分析カラム保護 低分子分離GPC用
TSKguardcolumn SuperH-H	TSKgel SuperH5000～SuperH7000および SuperHM-L,N,M＆H	4.6×3.5	分析カラム保護 高分子分離GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}(30)	超高分子(30),(20)用	7.5×7.5	分析カラム保護 超高分子GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}(30)HT	高温GPC(30),(20)用	7.5×7.5	分析カラム保護 高温GPC用
TSKguardcolumn H_{HR}(S)HT	高温GPC(S)用	7.5×7.5	分析カラム保護 高温GPC用
TSKguardcolumn MP(XL)	TSKgel MultiporeH$_{XL}$-M	6.0×4.0	分析カラム保護 高分子GPC用
TSKguardcolumn SuperHZ-L	TSKgel SuperHZ1000～SuperHZ4000および SuperHZM-N＆M	4.6×2.0	内径4.6mmカラム保護　低分子分離用
〃	〃	4.6×3.5	内径6.0mmカラム保護　低分子分離用
TSKguardcolumn SuperHZ-H	TSKgel SuperHZM-H	4.6×2.0	内径4.6mmカラム保護　高分子用
〃	〃	4.6×3.5	内径6.0mmカラム保護　高分子用

11-3　ガードカラムの交換

ガードカラムは，吸着容量に限界があり，寿命があります．本体カラムに汚染がおよぶ前に，早めに交換することが必要です．交換の頻度は，使用目的（分析か分取か），試料の性質（主成分の性質，不純物の性質や量など），試料負荷量，溶離液，流速などの種々の要因に依存し，画一的に示すことはできません．

使用中におけるカラム系の圧力上昇は，ガードカラムのエンドフィッティングのつまりや，ゲルの汚染を反映しますので，ある程度の圧力上昇が認められたなら交換するのも一つの方法です．

一般的には，測定データに変化が認められるようになった場合は，ただちに取り替えてください．

12. トラブル発生時の処置法

TSK-GEL使用中もし下記のようなトラブルが発生した場合，以下の手順にしたがってチェックをし，適切な処置をおこなってください．処置が適切であれば，元通りに近い性能に回復することもありますが，吸着物質，気泡の混入，乾燥，凍結等が原因の場合には，元通りの性能は得られませんので，カラムの取扱いには十分な注意を払ってください．

12-1　カラムエンドフィッティングトラブル

試料を注入後，急激に流量が低下した場合，同一流量でカラム購入時より大きく圧損が増大した場合，あるいはエンドフィッティングが破損した場合12-1-1～12-1-3項の処置や確認をおこなってください．

12-1-1　つまり物の押し出し

カラムを装置より取りはずし，出口側エンドフィッティングをポンプ側配管に接続し通常の流速で送液して，入口側エンドフィッティングにつまったものをカラム外に押し出してください．この操作でつまったものが取れない場合，あるいはエンドフィッティングが破損した場合は，12-1-2項の手順にしたがってエンドフィッティングの交換をおこなってください．

12-1-2　エンドフィッティングの交換

新しいエンドフィッティングを用意し，つまったエンドフィッティングをカラムより取りはずします．この際，ゲルが外部に漏れないよう細心の注意を払ってください．取りはずしたエンドフィッティングに残っているゲルを，新しいエンドフィ

ッティングに移しカラムに取りつけます.

12-1-3　エンドフィッティングの交換後

交換が終わりましたら，4-5-2項を参考にして，新しいエンドフィッティング側の気泡を取り除いた後，理論段数を測定し，段数の低下が起こっていないか確認してください.

12-2　分離能が急激に低下した場合

カラム系の理論段数を測定してください．吸着物の影響が考えられず段数が正常であれば試料に原因があると思われますので，新しく試料を作り直してください.

もし理論段数が異常であれば，カラムの性能低下と考えられますので，まずカラム1本1本の理論段数を測定してください．その際，それぞれのカラムは気泡がはいらないように，エンドフィッティングにエンドプラグをしておいてください．性能低下のカラムが見つかりましたら，以下の処置をおこなってください.

カラム系の分離能が急激に低下する原因としては，12-2-1～12-2-3項が考えられます.

12-2-1　エンドフィッティングにゴミ等がつまり，流路に乱れを生じる場合

12-1項を参考にして，エンドフィッティングの洗浄または交換後，理論段数を測定してください.

12-2-2　カラム入口側のすき間

急激な加圧，最高流速以上の流速がかかった場合，4-9項の脈流対策に対し考慮しなかった場合，あるいは交換可能以外の溶媒を流した場合は，カラムの入口側にすき間が生じる場合があります.

理論段数が極端に低下し（各グレードで通常の段数の30%以下），かつ単分散試料のピークの形が大きくテーリングした場合，カラム入口側にすき間が空いたと考えられます．入口側エンドフィッティングを取り外して，すき間が空いていましたらそのカラムは再生不可能です.

12-3　使用中に試料が吸着して溶出しないか，または溶出がいちじるしく遅れる場合

長時間繰り返して測定しているうちに，溶出挙動がいちじるしく変化する場合がありますが，このような現象は,試料中の微量吸着成分が充てん剤表面に蓄積し表面状態が変化したために起こるものと考えられます．したがって，このような異常を示す試料に対しては，そのカラムは使用困難ということになり，再生不可能です.

このような現象を避けるために，必ずガードカラムを使用してください.

13. 品質規格および保証

13-1　検査票（INSPECTION DATA）

検定条件，検定結果は検査票記載のとおりです．このうち，理論段数はカラム当りの理論段数で，圧力は検定流速での圧力を表示してあります.

13-2　品質規格

H_{XL}，H_{HR}，SuperHおよびSuperHZシリーズは，以下の規格で出荷されております.

表8　品　質　規　格（1）

	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	理論段数 (TP/Column)	非対称係数
分析カラム	TSKgel SuperHZ1000～ SuperHZ4000	4.6×15	16000	0.7～1.4
	TSKgel SuperHZM-N およびSuperHZM-M	4.6×15	16000	
	TSKgel SuperHZM-H	4.6×15	9000	
	TSKgel SuperHZ1000～ SuperHZ4000	6.0×15	16000	
	TSKgel SuperHZM-N およびSuperHZM-M	6.0×15	16000	
	TSKgel SuperHZM-H	6.0×15	9000	

表8　品　質　規　格（2）

<table>
<tr><th></th><th>品　　名</th><th>カラムサイズ
内径(mm)×長さ(cm)</th><th>理論段数
(TP/Column)</th><th>非対称係数</th></tr>
<tr><td rowspan="16">分析カラム</td><td>TSKgel SuperH1000～
SuperH5000</td><td>6.0×15</td><td>16000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel SuperH6000,
SuperH7000</td><td>6.0×15</td><td>10000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel
SuperHM-L,-N,-M,-H</td><td>6.0×15</td><td>16000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel G1000H$_{XL}$～G4000H$_{XL}$
およびGMH$_{XL}$-L</td><td>7.8×30</td><td>14000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel G5000H$_{XL}$～G7000H$_{XL}$
およびGMH$_{XL}$</td><td>7.8×30</td><td>14000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel G1000H$_{HR}$～G7000H$_{HR}$
およびGMH$_{HR}$-L，N，M&H</td><td>7.8×30</td><td>16000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{HR}$-M(S)&H(S)</td><td>7.8×30</td><td>8000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{HR}$-H(30) HT</td><td rowspan="7">7.8×30</td><td>4000</td><td rowspan="7">0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{HR}$-H(20) HT</td><td>6000</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{HR}$-H(S) HT</td><td>8000</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{HR}$-H HT</td><td>16000</td></tr>
<tr><td>TSKgel G2000H$_{HR}$(20) HT</td><td>6000</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{HR}$-H(30)</td><td>4000</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{HR}$-H(20)</td><td>6000</td></tr>
<tr><td>TSKgel MultiporeH$_{XL}$-M</td><td>7.8×30</td><td>16000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
<tr><td>TSKgel GMH$_{XL}$-HT</td><td>7.8×30</td><td>5500</td><td>—</td></tr>
<tr><td>分取カラム</td><td>TSKgel G1000H$_{HR}$～G4000H$_{HR}$
およびGMH$_{HR}$-H</td><td>21.5×30</td><td>16000</td><td>0.7～1.6</td></tr>
</table>

13-3　保　　証

① 現品到着後，検査票並びにこの取扱説明書に記載の条件で，カラムの理論段数および非対称係数をチェックしてください．当社の責任で規格値を外れている場合には良品と交換いたします．

② 輸送中の事故などで，カラムに破損が認められる場合には良品と交換いたします．

③ 上記，品質不良につきましては現品到着後，2週間以内にご連絡ください．

2週間を過ぎた場合は良品としてお受取りいただいたものとみなします.

④　カラムの寿命については，保証の対象外といたします.

⑤　商品の仕様は，改良のため予告なく変更することがあります.

14. おわりに

本取扱説明書の内容に関して，ご不明な点あるいはご質問等がありましたら，巻末の連絡先にご連絡ください.

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です.

HLC, TSK-GEL, TSKgel, TSKgel SuperMultipore,
BioAssist, Enantio, PStQuick,
エンバイロパック/Enviropak, トヨパール/TOYOPEARL, ToyoScreen,
TOYOPEARL GigaCap, トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap,
トヨパールパック/TOYOPEARLPAK, TOYOPAK

東ソー株式会社　バイオサイエンス事業部

東京本社	営業部	☎(03)5427-5180	〒105-8623	東京都港区芝3-8-2
大阪支店	バイオサイエンスG	☎(06)6209-1948	〒541-0043	大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋支店	バイオサイエンスG	☎(052)211-5730	〒460-0003	名古屋市中区錦1-17-13
カスタマーサポートセンター		☎(0120)17-1200	〒252-1123	神奈川県綾瀬市早川2743-1

Printed in Japan